KOREAN INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE (19)

#### KOREAN PATENT ABSTRACTS

(11)Publication number: 1020020072600 A

(43) Date of publication of application:

18.09.2002

(21)Application number: 1020010012503

(71)Applicant:

CHO, SUK HYEONG

(22)Date of filing:

12.03.2001

(72)Inventor:

CHO, SUK HYEONG

(51)Int. CI

B01J 13 /02

(54) MANUFACTURING METHOD OF MICROCAPSULES

#### (57) Abstract:

PURPOSE: A manufacturing method of microcapsules having superior biocompatibility and high manufacturing efficiency is provided. CONSTITUTION: manufacturing method of microcapsules comprises the steps of preparing a solution in which surfactant is added to a biocompatibility natural polymer solution or natural polymer solution; and manufacturing microcapsules by homogenizing the materials after adding a core material, a coagulant (a wall forming agent), and a solution in which surfactant is dissolved in an organic solvent in certain cases to the surfactant

added solution, wherein the biocompatibility capsules are protein such as sodium alginate, chitosan, gelatin, keratin, lipoprotein and fibrin, the core material comprises oil, dyestuff, pigment, incense, foodstuffs, medication, agricultural chemicals, adhesive, lipophilic cosmetics, or skin activating constituents, sodium alginate and chitosan are preferably used as a capsule material, 1 to 8 wt.% of ESPR-25 (polyglycerin polylinoleate, HLB=0.5), ES-7 (glycerin monostearate, HLB=3.8-4.3), SPAN-60 (sorbitan stearate, HLB=6.8-8.6), SE-11 (sucrose fatty acid ester, HLB=11), MP-8, TW-80, TW-20(sorbitan laurate + ethylene oxide, HLB=16) or a mixture thereof depending on HLB values is used as an emulsifier for the total amount of the solution, and a solution of the capsule material is controlled to 0.1 to 5.0 wt.%, and more preferably to 1 to 3 wt.%.

copyright KIPO 2003

Legal Status

Date of request for an examination (20010312) Notification date of refusal decision (00000000) Final disposal of an application (rejection)

Date of final disposal of an application (20031201)

Patent registration number ( )

Date of registration (00000000)

Number of opposition against the grant of a patent ( )

Date of opposition against the grant of a patent (00000000)

Number of trial against decision to refuse ( )

Date of requesting trial against decision to refuse ( )

# (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)

(51) • Int. Cl. <sup>7</sup> B01J 13/02

(11) 공개번호 특2002 - 0072600

(43) 공개일자 2002년09월18일

(21) 출원번호

10 - 2001 - 0012503

(22) 출원일자

2001년03월12일

(71) 출원인

조석형

충청남도 홍성군 홍성읍 남장리 주공아파트 105동 602호

(72) 발명자

조석형

충청남도 홍성군 홍성읍 남장리 주공아파트 105동 602호

심사청구 : 있음

## (54) 마이크로캡슐의 제조

요약

압력 민감성 기록종이, 제재, 향료, 서방성 농약, 접착제, 식품, 염료, 용매, 방청제, 액정 및 건강식품을 포함한 다양한 분야에서 마이크로캡슐화가 연구되어 왔다. 특히 소수성 물질(오일성 물질 및 고체 물질)의 마이크로캡슐화에 대한 다수의 기술이 개발되었거나 개발하고 있다.

본 발명은 심물질로 잉크, 약물, 향료, 농약, 첩착제, 식품, 염료, 방청제, 축열제 등이 포함된 환경 및 생체에 영향이 없는 천연고분자 막을 갖는 마이크로캡슐의 제조 방법에 관한 것이다.

색인어

마이크로캡슐, 키토산, 알긴산, 입자, 천연고분자

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 심물질로 잉크, 약물, 향료, 농약, 첩착제, 식품, 염료, 방청제 , 축열제 등이 포함된 환경 및 생체에 영향이 없는 천연고분자 막을 갖는 마이크로캡슐의 제조 방법에 관한 것이다.

압력 민감성 기록종이, 제재, 향료, 서방성 농약, 접착제, 식품, 염료, 용매, 방청제, 액정 및 건강식품을 포함한 다양한 분야에서 마이크로캡슐화가 연구되어 왔다. 특히 소수성 물질(오일성 물질 및 고체 물질)의 마이크로캡슐화에 대한 다수의 기술이 개발되었거나 개발하고 있다. 마이크로캡슐의 제조 방법은 많은 문헌에 기재되어 있다. 일반적으로, 이는 캡슐막을 형성하는 폴리머는 모노머를 계면 중합(interfacial polymerization)하여 수행되거나(특허 BE - A - 808 03 4, BE - A - 869 107, FR - A - 2 504 408, 및 FR - A - 2 515 960 참조), 두 개의 상을 에멀젼화(e mulsify)하여 수행된다(특허 EP - A - 0 274 961, EP - A - 557 489, EP - A - 0 447 318, 및 WO 93/25195 참조). 한국 특허공개 제 98 - 72 호는 젖산균을 보호제, 지방 및 유화제에분무하여 캡슐화하는 방법을 제시하고, 한국 특허공개 제 97 - 700490 호는 생분해성 중합체와 지질의 혼합물로 공기를 캡슐화한 초음파 촬영을 위한 조영제를 개시하고 있다. 또한 한국 특허공개 제 95 - 23330 호는 전분화 유화제를 사용하여 고도불포화지방산을 캡슐화시키는 방법을 예시하고 있다.

#### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 생체 적합성이우수하고 제조 효율이 높은 마이크로캡슐을 제공하는 것으로 폴리머막을 형성하는 폴리머를 용해시킨 용매와 서로 섞일 수 있는 유기용매에 심재와 막형성 물질을 응고시킬 수 있는 응고제를 용해시키고 막형성 폴리머와 계면활성제를 용해시킨 용액에 심재가 용해된 용액을 고속교반하면서 첨가함으로써 마이크로 캡슐을 제조하는 방법에 관한 것이다.

### 발명의 구성 및 작용

발명에 따라서, 생체 적합성 천연 고분자의 용액 또는 천연고분자 용액에 계면활성제가 첨가된 용액을 제조하고, 상기 용액에 심재와 응고제(벽형성 조제) 및 계면활성제가 유기 용매에 용해된 용액를 첨가하여 균질화시킴으로써 마이크로 캡슐의 제조방법을 특징으로 한다.

본 발명에서 심재로는 오일, 염료, 안료, 향료, 식품, 의약품, 농약, 점착· 접작제, 친지성 화장품 또는 피부용 활성 성분 등을 들 수 있다.

본 발명에서 사용될 수 있는 캡슐 소재는 생체에 무해한 천연 고분자가 바람직하다. 캡슐 소재 농도는 캡슐의 견고성과 핵물질을 캡슐내에 유지하는 능력에 영향을 미치기 때문에 마이크로캡슐의 수율과 저장안정성에 중요한 요인으로 작용한다. 따라서, 캡슐소재(wall materials)로는 알긴산소다(sodiumalginate)와 키토산(chitosan)을 사용하는 것이 바람직하다.

유화제로는 HLB 값에 따라 ESPR - 25 (polyglycerine polylinoleate, HLB=0.5), ES - 7 (glycerin monostearate, HLB=3.8~4.3), SPAN - 60 (sorbitan stearate, HLB=6.8~8.6), SE - 11 (sucrose fatty acid ester, HLB=11), MP - 8, TW - 80, TW - 20 (sorbitanlaurate+ethylene oxide, HLB=16)을 사용하는 것이 바람직하다. 이들 유화제는 단독으로 사용될 수도 있고, 2종 이상의혼합물로 사용하는 것도 가능하다. 유화제는 용액 총량에 대하여 1% 내지 8% 첨가한다.

캡슐 소재의 용액은 0.1 내지 5.0%로 조절하며, 1% 내지 3.0% 범위가 바람직하다.

심재를 용해시킬 수 있는 용매로는 메탄을, 에탄을, 프로판을, 이소프로판을 등의 알콜류 및 아세톤, 에틸메틸케톤, 메틸에틸케톤 등 케톤류를 사용하고 메탄올, 에탄올, 아세톤을 사용하는 것이 바람직하다.

캡슐 벽형성 조제로 사용하는 물질로는 특히 캡슐 소재로 알긴산나트륨을 사용하는 경우에는 젖산 칼슘, 탄산칼슘 등의 용액을 사용하고, 키토산을 사용하는 경우에는NaOH, 황산칼슘, 황산나트륨, 황산 용액을 사용하는 것이 바람직하다. 또한 가교제를 함께 사용할 수 있다. 본 발명에 따라서 제조된 마이크로캡슐의 크기는 0.1 내지 30㎞ 범위이다..

이하에서 바람직한 실시예에 의거하여 본 발명을 상세히 설명하지만, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다

## 실시예 1

1g의 키토산을 상온에서 1ℓ 둥근 바닥 플라스크 내 200 g의 증류수에 분산시킨 후 비이온성 계면 활성제인 MP-8 0.5 g을 상기의 수계 분산액에 첨가하였다.

실온에서 10%의 레티놀을 함유하는 카프릴산 및 카프리산 트리글리세라이드 각각 5 g과 2% NaOH 용액 20g을 500 ₪ 등근 바닥 플라스크 내 200 ₪의 에탄올에 용해시켰다.

이어서, 빠른 속도로 교반하면서 에탄을 상을 수상에 첨가하여 1.2ﷺ 평균 직경을 가지는 마이크로캡슐의 콜로이드 현탁액(pH 7.8)을 얻었다.

#### 실시예 2

10 g의 박하향과 젓산칼슘 3% 용액 20g을 200 ㎖ 비커 내 100 ㎖의 에탄올에 용해시켰다. 1 g의 알긴산 소다를 상은에서 200 g의 증류수에 용해시킨 후 비이온성 계면 활성제인 Twin 80 0.5 g을 상기의수계 분산액에 첨가하였다.

그런 후에, 빠른 속도로 교반하면서 상기 에탄올 상을 수상에 첨가하여 2.1㎞의 평균 직경을 가지는 캡슐의 콜로이드 현탁액(pH 6.7)을 얻었다.

#### 발명의 효과

이상의 설명으로부터 명백한 바와 같이, 본 발명에 따라 제조된 마이크로캡슐은 생체 적합성을 갖는 것으로 환경오염을 줄일 수 있을 뿐만 아니라 식품, 의약품, 화장품 등에 광범위하게 사용할 수 있다. 본 발명의 방법에 따르면, 제조 공정이 간단하고 비용이 저렴하게 마이크로캡슐을 제조할 수 있다는 장점이 있다

## (57) 청구의 범위

## 청구항 1.

생체 적합성 천연 고분자의 용액 또는 천연고분자 용액에 계면활성제가 첨가된 용액을 제조하는 단계와 상기 용액에 심재와 응고제(벽형성 조제), 경우에 따라서 계면활성제가 유기 용매에 용해된 용액를 첨가하여 균질화시킴으로써 마이크로캡슐의 제조하는 단계로 이루어진 마이크로 캡슐의 제조방법.

## 청구항 2.

1 항에 있어서, 상기 생체 적합성 캡슐이 알긴산나트륨, 키토산 및 젤라틴, 케라틴, 지질 단백질, 피브린 등의 단백질임을 특징으로 하는 방법